



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-249426

(P 2 0 0 3 - 2 4 9 4 2 6 A)

(43) 公開日 平成15年9月5日(2003.9.5)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
H01L 21/02		H01L 21/02	B 4G077
C30B 29/36		C30B 29/36	A 5F045
33/12		33/12	
H01L 21/205		H01L 21/205	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2002-45725 (P 2002-45725)

(22) 出願日 平成14年2月22日(2002.2.22)

(71) 出願人 000005902

三井造船株式会社

東京都中央区築地5丁目6番4号

(72) 発明者 山田 公

兵庫県姫路市新在家本町6-11-9

(72) 発明者 松尾 二郎

京都府京都市左京区岩倉長谷町91-3

(72) 発明者 豊田 紀章

兵庫県姫路市東辻井1丁目3-6-205

(74) 代理人 100091306

弁理士 村上 友一 (外1名)

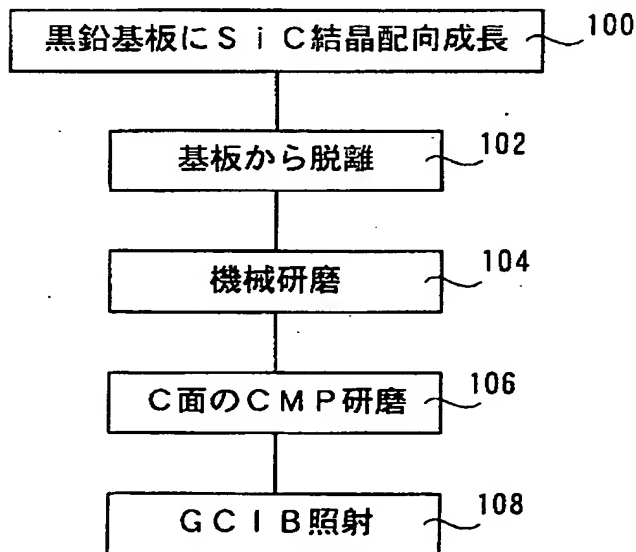
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 SiCモニタウェハ製造方法

(57) 【要約】

【課題】 パーティクル検出が可能となるまで表面を平坦にすることのできるSiCモニタウェハを得る。

【解決手段】 CVD (Chemical Vapor Deposition) 法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離する。このSiCを機械研磨単独またはCMP (Chemo Mechanical Polishing) との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を 1×10^{11} atoms/cm² 以下となるまで、GCIB (Gas Cluster Ion Beam) を表面に照射して作製する。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 CVD (Chemical Vapor Deposition) 法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP (Chemo Mechanical Polishing) との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さが $Ra = 0.5 \text{ nm}$ 以下、かつウェハ表面の不純物密度を $1 \times 10^{11} \text{ atoms/cm}^2$ 以下となるまで、GCIB (Gas Cluster Ion Beam) を表面に照射して作製することを特徴とする超平坦で清浄な表面を有するSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項2】 前記CVD工程では3C-SiC結晶を[100]または[110]または[111]方向に配向成長させ、結晶方位を揃えることにより、CMP及びGCIB照射時のエッチング速度異方性を回避することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項3】 GCIBを照射する前の機械研磨単独またはCMP併用の加工段階において、ウェハ表面 $100 \mu\text{m}$ 領域での表面粗さ(PV値)を 5 nm ないし 50 nm まで平坦化し、その後GCIBにより超平坦表面を作製することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項4】 SiC表面を機械研磨する際、3C-SiC結晶のC面を研磨面とし、Si面研磨に比較して、大きなエッチングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項5】 SiC表面にGCIBを照射する際、3C-SiC結晶のC面を照射面とし、Si面照射に比較して大きなエッチングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項6】 ウェハ表面に照射するGCIBのガス種に CF_4 、 SF_6 、 NF_3 、 CHF_3 、 O_2 単独、またはこれらの混合物ガスを用いて、表面で生成するフラジカルなどを活用し、SiC表面での化学反応を促進し、大きなエッチングレートを得ることを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【請求項7】 ウェハ表面に照射するGCIBのガス種に CF_4 、 SF_6 、 NF_3 、 CHF_3 、 O_2 単独、またはこれらの混合物ガスを用いて、エッチングを行った後、その表面を超平坦化するために、Arガスクラスターを照射することを特徴とする請求項1記載のSiCモニタウェハ製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は半導体プロセス機器に導入する超平坦かつ高純度の表面をもつSiCモニタウェハの製造方法。

【0002】

【従来の技術】 シリコン単結晶を基板とする半導体デバイスは、シリコン基板(シリコンウェハ)の表面に酸化膜を形成する酸化工程や不純物を拡散する拡散工程、さ

らには減圧下で窒化ケイ素膜、多結晶シリコン膜(ポリシリコン膜)などを形成する減圧CVD (LPCVD) 工程等を経て、シリコンウェハ上に微細な回路が形成される。これらの工程には、拡散装置、LPCVD装置などと呼ばれる半導体製造装置が使用される。そして、これらの装置は、いずれも複数のシリコンウェハを炉内に挿入し、シリコンウェハ本体を高温に加熱する炉体部分と、反応性ガスを炉内に供給するガス導入部、排気部などからなっており、多数枚のシリコンウェハを同時処理(バッチ処理)できるようになっている。図5は、縦型LPCVD装置の一例を示したものである。

【0003】 図5において、CVD装置10は、炉本体12の内周面に図示しないヒータが配設してあって内部を高温に加熱、維持できるようになっているとともに、図示しない真空ポンプに接続してあり、内部を 10 Torr 以下に減圧できるようにしてある。また、炉本体12の内部には、高純度石英や炭化ケイ素(SiC)によって形成したプロセスチューブ14が設けてある。

【0004】 プロセスチューブ14によって覆われるベース16の中央部には、ポート受け18が設けてあって、このポート受け18上にSiCや石英などから形成した縦型ラック状のウェハポート20が配置してある。そして、ウェハポート20の上下方向には、大規模集積回路(LSI)などの半導体デバイスを形成するための多数のシリコンウェハ22が適宜の間隔をあけて保持させてある。また、ウェハポート20の側部には、反応ガスを炉内に導入するためのガス導入管24が配設してあるとともに、炉内温度を測定する熱電対を内蔵した熱電対保護管26が設けてある。

【0005】 このように構成したCVD装置10は、ウェハポート20を介して多数のシリコンウェハ22が炉内に配置される。そして、炉内を 100 Torr 以下に減圧するとともに、例えば $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ の高温に加熱し、ガス導入管24を介して H_2 などのキャリアガスとともにSiC14などの反応性ガス(原料ガス)を炉内に導入し、シリコンウェハ22の表面に多結晶シリコン膜(ポリシリコン膜)やシリコン酸化膜(SiO_2)の形成などが行われる。

【0006】 ところで、このようなCVD装置10においては、シリコンウェハ22に付着するパーティクルの状態や、シリコンウェハ22に所定の膜厚が形成されているか等を調べるために、ウェハポート20の上下方向の適宜位置に複数枚のモニタウェハ30をシリコンウェハ22と混在させて配置している。このような形成薄膜の膜厚、パーティクルなどの管理を行うためのモニタウェハには、一般的に、表面粗さ $Ra = 0.25 \text{ nm}$ 程度のSi単結晶ウェハが用いられている。シリコン単結晶では、このように非常に平坦な表面が得られているが、従来のモニタウェハは、ポリシリコン膜やシリコン酸化膜を形成した場合、膜を酸などによって洗い流して再使

用することができず、1回限りの使い捨てとなっており、非常に不経済となっていた。このため、硝酸などに対する耐触性に優れており、エッチングによる付着物の除去が容易に行え、長期間の繰返し使用が可能であるSiCウェハが注目されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】一方、SiCは硬度が高いが、超平坦な表面を作り出すのは困難である。一般には、ダイヤモンド砥粒を用いて研磨を行うが、砥粒、または脱離したSiC自身により、ウェハ表面にスクラッチ損傷を与え易い。また、表面清浄度に関しては、この研磨工程で不純物が混入してしまう問題もある。

【0008】これまでのSiC研磨技術では、低コストに超平坦且つ清浄な表面を有するSiCモニタウェハを製造する事は出来ない。例えば、デザインルール0.13 μ mを想定した場合、少なくとも0.1 μ mのパーティクル(ゴミ)を検出する必要がある。しかし、現状の量産対応のSiC研磨技術では、その平均粗さがRa=20nm程度であるので、この表面粗さではパーティクル検出が出来ないことが確認されている。

【0009】本発明は、上記従来の問題点に着目してなされたもので、パーティクル検出が可能となるまで表面を平坦にすることのできるSiCモニタウェハ製造方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明に係るSiCモニタウェハ製造方法は、3C-SiCをCVDにより[111]方向に成長させる。また、SiCのC面を研磨、ArガスによるGCIB照射する。更には、GCIBのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを用いるようにした。

【0011】より具体的には、本発明に係るSiCモニタウェハ製造方法は、CVD(Chemical Vapor Deposition)法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP(Chemical Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を 1×10^{11} atoms/cm²以下となるまで、GCIB(Gas Cluster Ion Beam)を表面に照射して作製するように構成する。

【0012】また、前記CVD工程では3C-SiC結晶を[100]または[110]または[111]方向に配向成長させ、結晶方位を揃えることにより、CMP及びGCIB照射時のエッチング速度異方性を回避するようにしてSiCモニタウェハを製造するように構成してもよい。

【0013】前記GCIBを照射する前の機械研磨単独またはCMP併用の加工段階において、ウェハ表面100 μ m領域での表面粗さ(PV値)を5nmないし50

nmまで平坦化し、その後GCIBにより超平坦表面を作製するようにする。

【0014】また、SiC表面を機械研磨する際、3C-SiC結晶のC面を形成し、これを研磨面とし、Si面研磨に比較して、大きなエッチングレートを得る。更に、SiC表面にGCIBを照射する際、3C-SiC結晶のC面を照射面とし、Si面照射に比較して大きなエッチングレートを得るようにする。加えて、ウェハ表面に照射するGCIBのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスをを用いて、表面で生成するフラジカルなどを活用し、SiC表面での化学反応を促進し、大きなエッチングレートを得るようにすればよい。また、ウェハ表面に照射するガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスをを用いて、エッチングを行った後、その表面を超平坦化するために、Arガスクラスターを照射するようにしてもよい。

【0015】本発明は、結晶方向制御、SiCのSi面/C面の選択、またSiCとガス種との反応性を利用し、低コストで超平坦、且つ清浄なSiC表面を得るものである。

【0016】イオンエッチングを行う場合、スパッタ率を高めるために、理想的なイオンの入射角が存在する。SiCの結晶方向が揃っていない場合、例えばイオンビームを均一に照射しても、ウェハを構成する結晶粒毎に、エッチング深さが異なる。配向成長によりこの問題を解決できる。また、SiCの(111)面と(1-1-1)面は等価でない。前者をSi面、後者をC面と呼んでいる。例えば、SiC表面に形成したSiO₂膜中の酸素イオンの透過性では、Si面上のSiO₂の方が、小さな透過率、即ち、大きな耐酸化性を有している。エッチングについてもC面とSi面の違いが予想される。更には、GCIBのガス種にCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスをを用いることにより、SiC表面とフラジカルとの反応が進行し、Arガスの場合と比較して、より大きなエッチングレートが得られる。これらのガス種の場合、エッチング速度は大きい、平坦化能力に劣るので、Arガスにより最終仕上げを行う。

【0017】

【発明の実施の形態】以下に、本発明に係るSiCモニタウェハの製造方法について、その好ましい実施の形態を、図面を参照して、詳細に説明する。図4に示すように、SiCは、結晶構造がダイヤモンドの置換型であって、炭素原子Cとケイ素原子Siとが六角形の格子を形成しているとともに[111]軸の方向に沿って炭素原子Cの配列された層と、ケイ素原子Siの配列された層とが、交互に配置された構造をしている。そして、この炭素原子Cが配列された層とケイ素原子Siが配列された層との結合力は、他の部分の結合力より弱いため、(1

11)面と平行な方向に切断されやすい。このため、SiCは、炭素原子Cの層とケイ素原子Siの層との境界である(111)面と平行な方向に容易に切断され、切断面に炭素原子Cの層とケイ素原子Siの層とが現れる。

【0018】これは、研磨を行った場合にも同様であって、(111)を研磨すると、その表面にはケイ素原子Siの層が現れ、反対側の面を研磨した場合には炭素原子Cの層が現れる。従って、SiCウェハは、常に一方の面がケイ素原子Siの層が現れているいわゆるSi面となり、他方の面が炭素原子Cの層が現れているいわゆるC面となっている。

【0019】次に本実施形態に係るSiCモニタウェハ製造方法は次のように行われる。この製造工程のフローチャートを図1に示す。この図に示すように、SiCウェハを表面が(111)となるようにCVDにより黒鉛基材面上に作製し(ステップ100)、基材を燃焼させてSiCウェハを脱離させる(ステップ102)。このようにして得たSiCウェハの表面を機械研磨し(ステップ104)、次いでウェハC面のCMP研磨を行い(ステップ106)、最後にGCIBを照射していわゆる研磨作業を終了するのである(ステップ108)。

【0020】SiCモニタウェハの製造に当たり、最初にSiCウェハを作製する。これは、図2に示しているように、まず、製造するSiCウェハの寸法に合わせた、高純度黒鉛からなる所定寸法の円板状黒鉛基材40を製作する(図2(1))。その後、円板状黒鉛基材40をCVD装置に入れ、装置(炉)内を所定の温度(例えば、1000~1600℃)に加熱、保持するとともに、炉内を所定の圧力(例えば、100 Torr)に制御する。そして、キャリアガスである水素ガス(H₂)とともに、SiCの原料となるSiCl₄、C₂H₂などを体積%で5~20%供給し、黒鉛基材40の表面にSiCの層42を0.3~1mm成膜する(図2

(2))。その後、黒鉛基材40をCVD装置から取り出し、機械加工によってSiC層42の周面を研削して切除し、黒鉛基材40の周面を露出させる(図2

(3))。そして、SiC層42に挟まれた状態の黒鉛基材40を900~1400℃の炉に入れて酸素を供給し、黒鉛基材40を燃焼させて除去して2枚のSiCウェハ50を得る(図2(4))。その後、SiCウェハを研磨するのである。

【0021】このようにして得たSiCウェハ50をモニタウェハとして利用できるように研磨処理を行う。まず、このウェハ50を、ダイヤモンド砥粒を用いて、Ra=0.02μmまで研磨した後、CMP研磨を行う。研磨剤にコロイダルシリカ(粒径70nm)を用い、アルカリ添加によりスラリーのpHを10ないし11に調整する。研磨時間は12時間である。CMPを行う面はC面である。温度55℃でのエッチング速度はpH10

で0.1μm/h、pH11で0.2μm/hである。室温程度では、エッチング速度が更に小さくなる。また、Si面では、そのエッチング速度がC面に比較し半分以下となる。

【0022】次に、機械研磨のみ実施したウェハ、及び機械研磨とCMPを併用したウェハにGCIBを照射し、ウェハの平坦化を行う。GCIB装置を図3に示す。このGCIB装置70は、公知のものを使用すればよく、例えば図示のように、ソースチャンバー排気ポンプとメインチャンバー排気ポンプとによって作動排気されるソースチャンバー71とメインチャンバー72の2つの真空室を有している。ガスポンペなどから供給されたソースガスを、超音速でノズル74より噴出させることによって、断熱膨張によりガスクラスタを形成する。生成したクラスタはスキマー76を通過させ、ビーム形状を整えてイオン化部78に導入される。このイオン化部78では、フィラメントによる電子衝突によりイオン化される。この際に、加速部80において、電界によりクラスタは加速され、ガスクラスタイオンは、減速電界部82での減速電界によりクラスタの大きさが選別され、さらに加速部84において加速されて高電圧を印加したターゲットとしてのウェハ50へ照射される。ウェハ50へ照射されたガスクラスタイオンはウェハ50との衝突で壊れ、その際クラスタ構成原子または分子および被加工物構成原子または分子と多体衝突が生じ、ウェハ50表面に対して水平方向への運動が顕著になり、その結果、ウェハ50表面に対して横方向の切削が可能となる。さらにウェハ50表面を横方向に粒子が運動することにより、表面の凸部が主に削られ原子サイズでの平坦な超精密研磨が得られることになる。

【0023】導入するソースガスとしては、エッチングレートの高いCF₄、SF₆、NF₃、CHF₃、O₂単独、またはこれらの混合物ガスを用いる。この種のガスではエッチング速度は大きい、平坦化能力に劣るので、たとえばアルゴンや、窒素ガス、酸素ガス等の他、化合物の炭酸ガス等、必要に応じて1種または2種以上のガスを単独にあるいは混合して使用することができる。

【0024】このようなGCIB照射により、表面粗さは、原子レベルサイズにまで向上する。また、ガスクラスタイオンビームは、イオンの持つエネルギーが通常イオンエッチングと異ってより低いため、ウェハ表面に損傷を与えることなく、所要の超精密研磨を可能とする。なお、ガスクラスタイオンビームの被加工物表面への照射では、通常は、その表面に対して略垂直方向から照射するのが好ましい。

【0025】上記GCIBによる代表的な照射条件を表1に示す。

【表1】

ガス種	CF ₄	照射面積	直径7インチ
加速電圧	15kV	ビーム電流	50μm
イオン化電圧	300V	イオン化電流	150mA
照射時間	1h		

エッチング深さは照射部とマスキングを施した非照射部との段差から求める。CF₄照射の平坦化への効果を表

2に纏めている。

【表2】

ガス種	エッチングレート	Ra
C面	1.0μm/h	4nm
Si面	0.4μm/h	20nm
C面(CMP)	1.0μm/h	1.6nm
Si面(CMP)	0.4μm/h	4nm

CF₄をC面に照射した際のエッチングレートは1μm/hである。Si面では、0.4μm/hとなる。また、Arガスクラスター照射では、C面、Si面ともにエッチングレートがCF₄に比較して1/10となる。Arガスのみの使用ではスループットが極めて低くなる。CF₄照射後、最終仕上げとしてArガスクラスターを照射

する。AFMで表面を観察した結果では、一番平坦な表面を有するウェハはC面(CMP併用)であり、その平均粗さRa値は0.2nmとなっている。

【0026】

【表3】

ガス種	エッチングレート	Ra
C面	0.1μm/h	0.5nm
Si面	0.05μm/h	10.0nm
C面(CMP)	1.10μm/h	0.2nm
Si面(CMP)	0.05μm/h	0.5nm

このように本実施形態によれば、CVDによりSiC結晶の方向を[111]に揃え、このC面にCMP、GCIBを適用することにより、またGCIBガス種にCF₄などの反応性物質を用いることにより、難加工材であるSiCの表面を超平坦化できる。なお、上記実施形態ではSiC結晶の方向を[111]に揃えた場合を説明したが、結晶方向が[100]、[110]の場合でも同様の効果を得ることができる。

【0027】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明は、CVD (Chemical Vapor Deposition)法で結晶系3CのSiCを基板上に堆積させ、このSiCを基板から脱離、機械研磨単独またはCMP (Chemo Mechanical Polishing)との併用によりSiC表面を平坦化させた後、その表面粗さがRa=0.5nm以下、かつウェハ表面の不純物密度を 1×10^{11} atoms/cm²以下となるまで、GCIB

(Gas Cluster Ion Beam)を表面に照射して作製するように構成したので、パーティクル検出が可能となるまでSiCウェハの表面を超平坦にすることができるという優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態に係るSiCモニタウェハ製造方法の工程を示すフローチャートである。

【図2】SiCウェハの製造工程図である。

【図3】GCIB装置の構造を示す断面図である。

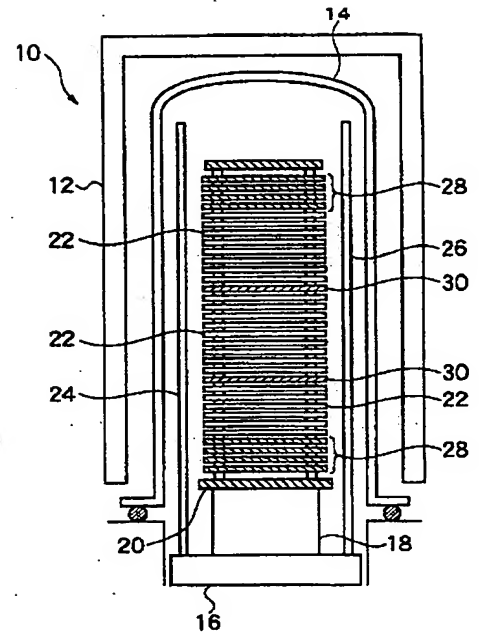
【図4】SiCウェハの結晶構造を示す図である。

【図5】減圧CVD装置の説明図である。

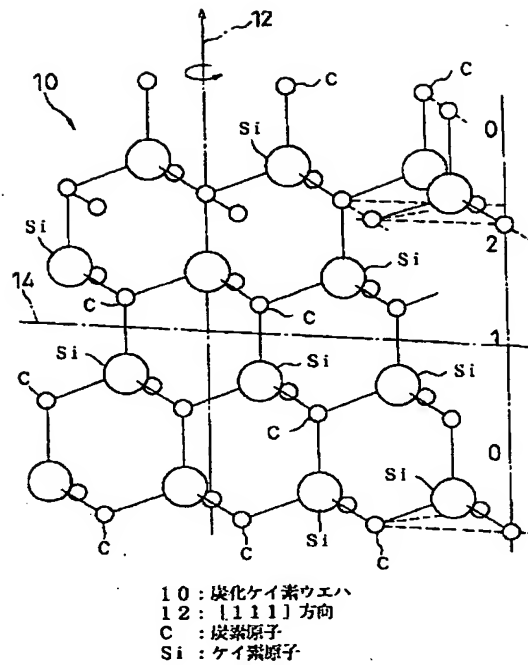
【符号の説明】

30……………モニタウェハ、40……………黒鉛基材、42……………SiC層、50……………SiCウェハ、70……………GCIB装置。

【図 5】



【図 4】



フロントページの続き

(72)発明者 村田 和俊
 岡山県玉野市玉3丁目1番1号 三井造船
 株式会社玉野事業所内

(72)発明者 宮武 直正
 岡山県玉野市玉3丁目1番1号 三井造船
 株式会社玉野事業所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 AB01 AB02 BE08
 DB01 FG02 FG16 FJ01
 5F045 AD14 AD15 AD16 AD17 AD18
 AF02 HA13

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-249426

(43)Date of publication of application : 05.09.2003

(51)Int.Cl.

H01L 21/02
C30B 29/36
C30B 33/12
H01L 21/205

(21)Application number : 2002-045725

(71)Applicant : MITSUI ENG & SHIPBUILD CO LTD

(22)Date of filing : 22.02.2002

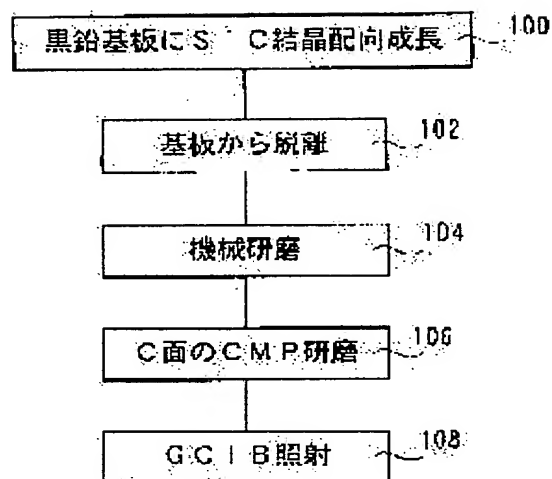
(72)Inventor :
YAMADA AKIRA
MATSUO JIRO
TOYODA KISHO
MURATA KAZUTOSHI
MIYATAKE NAOMASA

(54) SiC MONITOR WAFER MANUFACTURING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain SiC monitor wafer for flattening the surface to such an extent that a particle can be detected.

SOLUTION: Crystal system 3C SiC is deposited in a CVD (Chemical Vapor Deposition) method on a substrate, and the SiC is removed from the substrate. By using mechanical polishing or in combination with CMP (Chemo Mechanical Polishing), the surface of the SiC is flattened. Then, the surface is irradiated with GCIB (Gas Cluster Ion Beam) to such an extent that the surface roughness becomes $R_a=0.5$ nm or smaller, and the impurity density of wafer surface becomes 1×10^{11} atoms/cm² or smaller.



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ ~~SKEWED/SLANTED IMAGES~~
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.